

BEST AVAILABLE COPY

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

PATENTOVÝ SPIS

146895

Právo k využití vynálezu přísluší státu
podle § 3 odst. 6 zák. č. 34/1957 Sb.URAD PRO PATENTY
A VYNÁLEZY

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vyloženo 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

INTERNATIONAL REFERENCE LIBRARY
OF SCIENCE AND INVENTION
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 688.812.55

Dr. Ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu.

Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů není popsána. Jeho 5,8-dimetylderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivách jejich koloristické vlastnosti.

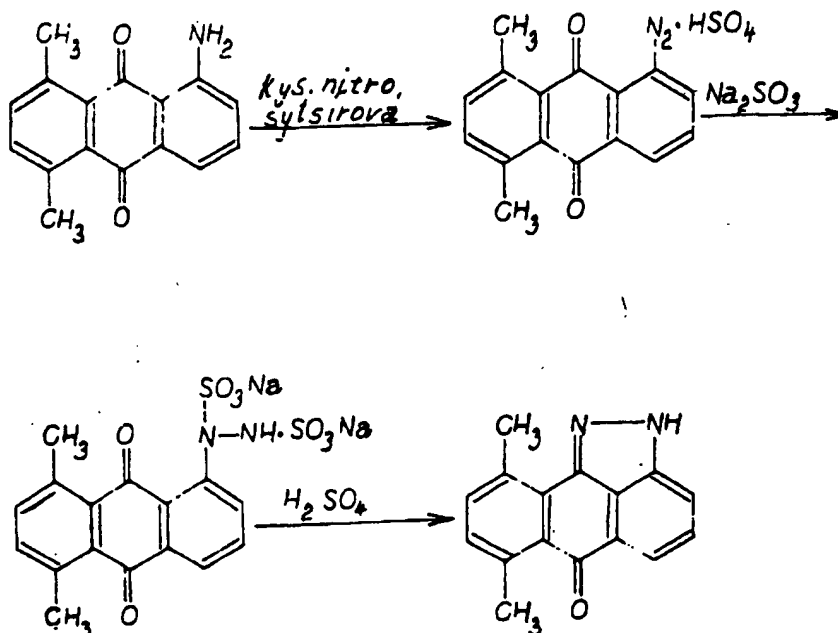
Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

2

dimetylpyrazolantron připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu diazotací a následující redukcí. Diazotace se provádí kyselinou nitrosylsírovou. Vzniklý diazoniumsulfát se redukuje se sířičkanem sodným na 5,8-dimetylantrachinonyl-1-hydrazindsulfon, který se z vodného roztoku izoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindsulfon draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylantrachinonyl-1-hydrazin se současně cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

146895

146895



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimethylpyrazolantnone je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přefiltrat sublimací.

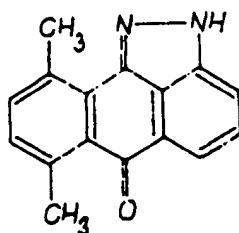
Příklad

Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za míchání 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpuštění se nitrosylsírová kyselina ochladí na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimethyl-1-aminoanthracenonu. Zvolna se zahřeje na 30–35 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkouška na Kj-škrobový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazoniumsulfát se odfiltruje na muči a třikrát promyje 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývací podíl se jímá k hlavnímu filtrátu, ostatní se zpracují jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 800 ml) se přidá 80 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinečnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolatky s chloridem zinečnatým se odfiltruje, promyje asi 50 ml konc. roztoku NaCl a

přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolatky se vnese během 1 hodiny do roztoku siřičitanu sodného připraveného smísením 31,2 g NaHSO₃ ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N louhu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vnášení diaza je 17 až 30 °C. Míchá se přes noc, roztok musí být stále alkalický na brillant. Příští den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivního uhlí a roztok se za tepla skleruje. Aktivní uhlí se na filtru promyje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a ponechá se zvolna zchladnout na 20 °C. Vyloučená draselná sůl hydrazinsulfonátu se odsaje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za míchání vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po 1hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladí na 75 °C. Přikape se 240 ml vody, přičemž se teplota udržuje na 80 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimethylpyrazolantnon se odfiltruje na fritě. Promyje se vodou do neutrální reakce a suší ve vakuu při 100 °C. Výtěžek je 19,8 g 99% produktu.

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantro-
nu vzorce

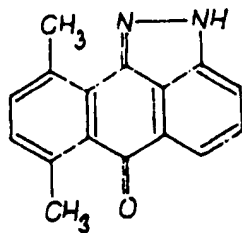


vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantra-
chinn se diazotuje dusičnanem sodným v
prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová
sůl se redukuje roztokem stříčitanu sodného
v alkalickém prostředí a redukční produkt
se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-
hydrazindisulfonam draselný, který se kon-
centrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C
cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severogalio, s. p., provozovna 32 Most

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinon se diazotuje dusičnanem sodným v prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová sůl se redukuje roztokem siřičitanu sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-hydrazindisulfonan draselný, který se koncentrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C cyklisuje na 5,8-dimethylpyrazolantron.

Severografín, a. p., provozovna 32 Most

with BzCl in PhCl containing K₂CO₃, I (R = H, R₁ = Bz) (91%) was formed.

=> s 79:6796/dn
L7 1 79:6796/DN

=> d 17 bib,abs

L7 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN
AN 1973:406796 CAPLUS
DN 79:6796
TI 5,8-Dimethylpyrazolanthrone
IN Arient, Josef
SO Czech., 3 pp.
CODEN: CZXXA9
DT Patent
LA Czech
FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	-----
PI	CS 146895		19730115	CS 1971-1065	19710212
AB	5,8-Dimethylpyrazolanthrone (I) [40537-86-8] was prepared in 89% yield by diazotization of 5,8-dimethyl-1-aminoanthraquinone in nitrosyl sulfuric acid, isolation of the diazonium sulfate, reduction with NaHSO ₃ in alkaline solution, and cyclization of the K 5,8-dimethylantraquinone-1-(hydazinedisulfonate) in concentrated H ₂ SO ₄ .				

=> logoff

ALL L# QUERIES AND ANSWER SETS ARE DELETED AT LOGOFF

LOGOFF? (Y)/N/HOLD:y

COST IN U.S. DOLLARS

SINCE FILE	TOTAL
ENTRY	SESSION
33.58	33.79

FULL ESTIMATED COST

DISCOUNT AMOUNTS (FOR QUALIFYING ACCOUNTS)

SINCE FILE	TOTAL
ENTRY	SESSION
-5.11	-5.11

CA SUBSCRIBER PRICE

STN INTERNATIONAL LOGOFF AT 16:02:20 ON 10 FEB 2005

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.